

**This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- **BLACK BORDERS**
- **TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- **FADED TEXT**
- **BLURRY OR ILLEGIBLE TEXT**
- **SKEWED/SLATED IMAGES**
- **COLORED PHOTOS**
- **BLACK OR VERY DARK BLACK AND WHITE PHOTOS**
- **UNDECIPHERABLE GRAY SCALE DOCUMENTS**

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-286713

(43)公開日 平成9年(1997)11月4日

(51)Int.Cl. ⁶	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
A 6 1 K	7/42		A 6 1 K	7/42
	7/00			7/00
	7/02			7/02
	7/48			7/48

審査請求 未請求 請求項の数3 O.L (全 5 頁)

(21)出願番号	特願平8-96574	(71)出願人 000106324 サンスター株式会社 大阪府高槻市朝日町3番1号
(22)出願日	平成8年(1996)4月18日	(71)出願人 000215800 ティカ株式会社 大阪府大阪市大正区船町1丁目3番47号
		(72)発明者 李 艇 大阪府茨木市上中条1-5-32 メディカルビル503
		(72)発明者 小笛 样次 滋賀県大津市比叡平2丁目37-12
		(74)代理人 弁理士 青山 葵 (外2名)

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 化粧料

(57)【要約】

【課題】 分散性に優れ、かつ紫外線遮蔽能の高い化粧料を提供する。

【解決手段】 平均一次粒子径5~<100nmの第一基剤、平均一次粒子径500~100,000nmの第二基剤、表面処理剤および溶媒を第一基剤:第二基剤の重量比1:9~9:1で、平均粒子径0.2~2mmのビーズを入れたミルで攪拌・湿式粉碎して製造する複合粉体を配合してなる化粧料。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 平均一次粒子径が5 nm以上100 nm未満の微粒子粉体からなる第一基剤と、平均一次粒子径が500 nm以上100,000 nm以下の無機粉体からなる第二基剤と、表面処理剤と、溶媒とを、上記第一基剤と第二基剤との混合比が重量比1:9~9:1で、平均粒子径0.2~2 mmのビーズを充填した媒体攪拌ミルにて湿式粉碎処理して得られる複合粉体を1~80重量%配合してなる化粧料。

【請求項2】 第一基剤が酸化チタンおよび/または酸化亜鉛からなる請求項1記載の化粧料。

【請求項3】 第二基剤がタルク、カオリン、マイカ、セリサイトから選ばれる1種以上からなる請求項1または2いずれか1項記載の化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、特定の複合粉体を配合してなる、分散性に優れ、かつ、紫外線遮蔽能の高い化粧料に関する。

【0002】

【従来の技術】従来より、日焼け、または日焼け止め商品に用いられるサンスクリーン剤として、有機系の紫外線吸収剤と無機系の紫外線散乱剤（無機系顔料）がよく使われている。しかし、有機系の紫外線吸収剤は、配合量に規制があるばかりでなく、皮膚に刺激性があることから、安全性の面で好ましくない。しかも、これら紫外線吸収剤は紫外線を吸収することで、吸収剤自体が劣化するため、紫外線遮蔽効果が長続きしないなどの問題点がある。

【0003】これに対し、無機系の紫外線散乱剤は安全性が高く、また効果の持続性に優れるため、多用されるようになった。しかし、これらの無機系顔料は吸着性、凝集性が強く、紫外線遮蔽効果を高めるためには、配合量を多くする必要があった。しかし、これらを化粧料中に多く配合すると、仕上り状態において、白浮きといった新たな問題点が出てくる。

【0004】以上の問題を解消するため、従来からいろいろな工夫がなされてきた。例えば、特開平3-279323号公報には、タルク、約35 nm以下の粒子径を有する二酸化チタン、および約50 nm以下の粒子径を有する酸化亜鉛からなる日焼止め組成物が開示されている。しかし、この技術は単にこれら顔料を配合したものであり、日焼け止め組成物としての効果は十分でない。また、特開平5-194174号公報には結晶水を含有する粘土鉱物であるカオリン、タルク、マイカ、セリサイトに金属化合物を添加し、その粘土鉱物の粒子表面に化学反応により含水金属酸化物を析出させた後、洗浄、焼成することを特徴とする化粧料用顔料が開示されている。しかし、この化粧料用顔料は酸化チタン単独で配合する場合に比べて紫外線遮蔽効果が低いという問題を残し

ている。

【0005】特開平6-9337号公報には、粉体化粧料として、微粒子酸化チタンを劈開セリサイトに吸着させた複合粉体を配合してなる粉体化粧料が記載されている。しかし、この製法は本発明と異なっており、外観が白くなるのが問題である。また、特開昭63-13532号公報には、紫外線防止用粉体としてタルク、カオリン、マイカ、セリサイトなどの担体に水和酸化チタンを固着させた複合顔料が記載され、それを配合してなる化粧料が開示されている。しかしながら、この複合顔料の紫外線遮蔽効果は低い。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、分散性に優れ、かつ紫外線遮蔽能の高い、複合粉体を配合してなる化粧料を提供することである。

【0007】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、上記の問題点を解決すべく鋭意検討した結果、第一基剤、第二基剤および溶媒を、平均粒子径0.2~2 mmのビーズを充填した媒体攪拌ミルで湿式粉碎処理して得られる特定の複合粉体を配合することにより、分散性に優れ、かつ、紫外線遮蔽能の高い化粧料を提供できることを見い出し、本発明を完成するに至った。

【0008】すなわち、本発明は、平均一次粒子径が5 nm以上100 nm未満の微粒子粉体からなる第一基剤と、平均一次粒子径が500 nm以上100,000 nm以下の無機粉体からなる第二基剤と、表面処理剤と、溶媒とを、上記第一基剤と第二基剤との混合比が重量比1:9~9:1で、平均粒子径0.2~2 mmのビーズを充填した媒体攪拌ミルにて湿式粉碎処理して得られる複合粉体を1~80重量%配合してなる化粧料を提供するものである。本発明によれば、上記のような問題を解消して、分散性に優れ、かつ紫外線遮蔽能の高い化粧料が提供できる。

【0009】

【発明の実施の形態】本発明で用いる第一基剤の微粒子粉体としては、酸化チタン、酸化亜鉛、酸化ジルコニア、ベンガラなどの酸化鉄などが例示でき、これらを単独または組み合わせて用いる。中でも酸化チタン、酸化亜鉛が特に好ましい。これら微粒子粉体の平均一次粒子径は5 nm以上100 nm未満、好ましくは10~50 nmであり、その粒子形状は問わない。第一基剤においては、通常、このような微粒子粉体は、数千 nmから数万 nmの凝集粒子を形成している。一般に、微粒子は5 nm以下になると、粒子表面のエネルギーが大きくなつて製造時に均一に分散させることが困難となり、一方100 nmを超えると塗布時の仕上がりに違和感を生じる。また、該微粒子粉体はシリカ・アルミナ処理などの表面処理をしたものでもよい。

【0010】本発明で用いる第二基剤の無機粉体として

は、タルク、マイカ、カオリン、セリサイト、雲母チタン、無水ケイ酸などが例示でき、特にタルク、マイカ、カオリン、セリサイトが好ましい。これら無機粉体の平均一次粒子径は5.0 nm以上100,000 nm未満であり、5.0~10,000 nmが好ましい。無機粉体粒子の形状は特に問わないが、薄片状が好ましい。

【0011】第一基剤と第二基剤との混合重量比率は1:9~9:1とする。第一基剤と第二基剤との合計重量に対して第一基剤の重量が10%未満になると、粉体全体の嵩が高くなり化粧料に応用し難く、また第一基剤の重量が90%を超えると、分散性に関して顕著な差が示されない。

【0012】本発明で用いる表面処理剤は、化粧料粉体の表面処理剤として通常用いられるものであればよく、例えば、ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、メチルハイドロジェンシリコーンなどのシリコーン油、ポリエーテル変性、高級脂肪酸変性などの変性シリコーンが挙げられる。その他、脂肪酸およびその塩、リン脂質、高級アルコール、アミノ酸などが挙げられる。これらは、通常、第一基剤および第二基剤の合計量に対して1~15重量%の割合で使用される。

【0013】本発明で用いる溶媒は、化粧料基剤の溶媒として通常用いられるものであればよく、例えば、水、芳香族化合物、アルコール類、パラフィン、ケトン、エーテルなどが挙げられる。溶媒は、通常、第一基剤および第二基剤の合計量に対して2~10重量%の割合で使用される。

【0014】本発明で用いる複合粉体は、これら第一基剤と、第二基剤と、表面処理剤と、溶媒とを、所定の割合で、平均粒子径0.2~2 mmのビーズを充填した通常の媒体攪拌ミルに入れ、自体公知の方法で温式粉碎処理することにより製造される。

【0015】本発明の化粧料は、かくして得られた複合粉体を配合するものであり、その配合量は1~80重量%であり、化粧料の剤型に応じて適宜選択できる。すなわち、パウダーファンデーションのような粉体剤型では40~80重量%、口紅、油性ファンデーションのような油性剤型では1~20重量%、乳化ファンデーション、クリームのような乳化剤型では1~40重量%が好ましい。これら化粧料は常法により製造され、夫々の目的のために提供される。

【0016】また、本発明の化粧料は、本発明の効果を

損なわない範囲で、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリグリセリン脂肪酸エステル、ショ糖脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンアルキルエーテルなどの界面活性剤、流動パラフィン、パラフィンワックスなどの炭化水素類、パルミチン酸イソプロピル、ステアリン酸ブチルなどの脂肪酸エステル、ジメチコン、シクロメチコンなどのシリコーン油、ミツロウ、オリーブ油、サフラワー油などの動植物油などの油剤、グリセリン、プロピレングリコール、1,3-ブチレングリコールなどの多価アルコール、塩化ナトリウム、硫酸マグネシウムなどの安定剤、ビタミン類、グリチルリチン酸塩などの薬効剤、パラジメチルアミノ安息香酸などのPABA系、メトキシケイ皮酸オクチルなどの桂皮酸系、オキシベンゾンなどのベンゾフェノン系、その他サリチル酸系などの紫外線吸収剤、防腐剤、着香剤などの公知成分を適宜配合して、例えば、パウダーファンデーション、口紅、リップクリーム、油性ファンデーション、乳液、クリームなどの化粧料とすることができます。

【0017】

20 【実施例】つぎに、実施例および比較例を挙げて本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。以下の実施例および比較例中の「%」は、特に記載のない限り「重量%」を意味する。

【0018】複合粉体の調製

表1に示すごとく、微粒子粉体1000 g（平均粒子径20 nm）と、タルク（平均粒子径5 μm）またはセリサイト（平均粒子径10 μm）、または微粒子粉体のみ1000 gに、溶媒300%、表面処理剤を配合し、スラリーを調製した。それを攪拌機で30分間混合した後、0.5 mmセラミクス製ビーズを充填した連続式横形媒体攪拌ミル（アイメックス社製ウルトラビスクミル）で温式粉碎を行なった。ついで、得られたスラリーを減圧蒸留して溶媒を取り除き、粉体を120°Cで120分間焼き付けした。室温まで冷した後、粉碎して複合粉体または通常粉体（表1）を得た。ただし、表1に示すタルクもしくはセリサイトの混合割合は微粒子粉体に対する重量%であり、表面処理剤の重量および溶媒量は、微粒子粉体とタルクもしくはセリサイトとの合計に対する重量%である。表1に複合粉体および通常粉体の40 特徴を示す。

【0019】

【表1】

複合粉体および通常粉体の特徴

	白色顔料 (第一基剤)	体質顔料 (第二基剤)	体質顔料の比率 (重量%)	表面処理剤 (重量%)
複合粉体1	酸化チタン	セリサイト	50	2.5
複合粉体2	酸化亜鉛	タルク	50	3.0
通常粉体3	酸化チタン	—	—	5.0
通常粉体4	酸化亜鉛	—	—	3.0

表面処理剤: メチルハイドロジェンポリシロキサン

【0020】実施例1および2および比較例1および2表2および3に示す複合粉体を配合した化粧料(実施例1および2)の紫外線遮蔽能および分散性について評価した。評価方法はつぎのとおりである。

【0021】1. 紫外線遮蔽能
表2および3に従って、実施例および比較例の化粧料を調製し、それを12.5μmの厚さで石英ガラス上に膜形成させ、10分間放置した後、石英ガラスの下にUVチェッカー(巴川製作所製、UVR1-HRRED)を置き、レントロー(日本化医器機製作所製、RAYTRONN RTP-220)にて10分間紫外線を照射した。照射したUVチェッカーと未照射のものを色彩色差計(MINOLTA-CR200)により測定し、色差△Eを算出した。色差△Eが小さい程、UVチェッカーの変色が少なく紫外線遮蔽能が高いことを示す。*

*【0022】2. 分散性

紫外線遮蔽能測定にて調製した化粧料(実施例1および2)の適量をスライドグラスに分取し、光学顕微鏡(オリンパス光学社製、BH-2型)にて観察し、0.025mm²当たりにある長径5μm以上の粒子(第一基剤)の数を計測し、下記の基準により分散性を評価した。

(評価基準)

○: 長径5μm以上の粒子(第一基剤)の数が0個
△: 長径5μm以上の粒子(第一基剤)の数が1~5個
×: 長径5μm以上の粒子(第一基剤)の数が6個以上
これらの結果をまとめて表2および3に示す。

【0023】

【表2】

	実施例1	比較例1
マイクロクリスチルワックス	8.0	8.0
ミツロウ	3.5	3.5
ワセリン	5.0	5.0
バラフィン	3.0	3.0
ラノリン	8.0	8.0
スクワラン	30.0	30.0
モノオレイン酸グリセリン	4.0	4.0
POE(20)ソルビタン	1.0	1.0
モノオレイン酸エステル		
複合粉体1	10.0	—
通常粉体3	—	5.0
セリサイト	—	5.0
プロビレングリコール	5.0	5.0
精製水	適量	適量
酸化防止剤	適量	適量
香料	適量	適量
合計(%)	100.0	100.0
紫外線防止効果(△E)	17.64	22.77
分散性	○	×

【0024】本発明の複合粉体を配合する実施例1のクリーム化粧料は、通常粉体およびセリサイトを配合する比較例1の化粧料に比して、紫外線遮蔽能および分散性※

※に優れていることが明らかとなった。

【0025】

【表3】

(ジェル化粧料)

	実施例2	比較例2
合成ケイ酸ナトリウム・マグネシウム	2.0	2.0
クエン酸	0.2	0.2
クエン酸ナトリウム	0.3	0.3
プロピレングリコール	6.0	6.0
精製水	残量	残量
複合粉体2	10.0	-
通常粉体4	-	5.0
タルク	-	5.0
カルボキシビニルポリマー	0.2	0.2
ジデカン酸プロピレングリコール	3.0	3.0
モノオレイン酸ジグリセリル	0.5	0.5
シクロメチコン	8.0	8.0
香料	適量	適量
防腐剤	適量	適量
合計(%)	100.0	100.0
紫外線防止効果(△E)	20.92	25.45
分散性	○	×

【0026】ジェル化粧料においても上記表2のクリー * とが明らかとなった。

ム化粧料と同じく、複合粉体を配合する実施例2の化粧

【0027】

料が、通常粉体およびタルクを配合する比較例2の化粧 20

【発明の効果】本発明によれば、微粒子粉体の分散性を
料に比して、紫外線遮蔽能および分散性に優れているこ* 改善した、紫外線遮蔽能の高い化粧料が提供できる。

フロントページの続き

(72)発明者 宮崎 俊雅
大阪府大阪市大正区船町1丁目3番47号
ティカ株式会社内

(72)発明者 吉田 育生
大阪府大阪市大正区船町1丁目3番47号
ティカ株式会社内